

RÉPUBLIQUE FRANÇAISE  
INSTITUT NATIONAL  
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication :  
(A n'utiliser que pour les  
commandes de reproduction).

**2 463 189**

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

(21) **N° 80 17659**

(54) Procédé de récupération de métaux non-ferreux contenus dans un résidu riche en goethite.

(51) Classification internationale (Int. Cl.<sup>3</sup>). C 22 B 1/02, 3/00, 7/00.

(22) Date de dépôt..... 11 août 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *Grand Duché de Luxembourg, 13 août 1979, demande de brevet, n° 81 602, au nom de la demanderesse.*

(41) Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 8 du 20-2-1981.

(71) Déposant : Société dite : METALLURGIE HOBOKEN OVERPELT, résidant en Belgique.

(72) Invention de : Jozef Victor Marcel Sterckx et Christian Armand George Lemaitre.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet Flechner,  
63, av. des Champs-Élysées, 75008 Paris.

La présente invention se rapporte à un procédé de récupération de métaux non-ferreux contenus dans un résidu riche en goethite ( $\text{FeOOH}$ ), obtenu lors du traitement par voie hydrométallurgique de minerais de zinc.

5 Dans la production de zinc par voie hydrométallurgique la lixiviation des minerais va de pair, selon la composition de ceux-ci, avec la mise en solution de quantités plus ou moins importantes de fer. Une méthode pour séparer ce fer de la liqueur de lixiviation consiste à le précipiter par hydrolyse sous la forme de goethite qui est un composé bien filtrable. Cette hydrolyse libère du  $\text{H}_2\text{SO}_4$  qu'il faut neutraliser étant  
10 donné qu'elle doit être effectuée à un pH bien déterminé. Le plus souvent on utilise en tant qu'agent de neutralisation, de la blende grillée et on retrouve alors dans la précipité de fer, le résidu de cette blende de neutralisation. Ce résidu de blende est constitué partiellement de ferrites de zinc; on y retrouve également d'autres métaux non-ferreux  
15 tels Cu, In, Ge, et Cd. Après filtration, on obtient alors d'une part une liqueur de lixiviation deferrée et d'autre part le résidu riche en goethite contenant des métaux non-ferreux, visé par la présente invention.

Le but de la présente invention est de fournir un procédé permettant de récupérer de façon économique les métaux non-ferreux contenus  
20 dans ce résidu et d'obtenir à la fois un résidu riche en fer valorisable par exemple comme pigment ou minéral de fer.

A cet effet, on traite selon l'invention le résidu par un agent sulfatant entre environ 500 et environ 750°C en sulfatant ainsi sélectivement les métaux non-ferreux, et on sépare les métaux sulfatés du résidu  
25 par lixiviation.

Il est essentiel d'effectuer la sulfatation entre environ 500 et environ 750° C, car, si on opère en-dessous d'environ 500° C, on produit des quantités importantes de sulfate de fer, et, si on opère au-dessus d'environ 750° C, le taux de sulfatation du zinc est trop faible. On  
30 opère avantageusement entre environ 550 et environ 650° C, parce qu'on

obtient dans cette gamme la sulfatation la plus sélective des métaux non-ferreux.

La durée de réaction requise pour obtenir le résultat visé dépend dans une large mesure des possibilités de contact entre le résidu et l'agent sulfatant et, partant, de l'appareillage mis en oeuvre pour réaliser la sulfatation. Il va de soi que cette durée peut être facilement déterminée, pour chaque cas particulier, par voie expérimentale.

En tant qu'agent sulfatant, on utilise avantageusement du  $H_2SO_4$  et/ou du  $SO_3$ . C'est ainsi que l'on peut effectuer la sulfatation avec du  $H_2SO_4$  ou avec un gaz contenant du  $SO_3$ , ce gaz étant obtenu soit par la décomposition de  $H_2SO_4$  ou d'un sulfate, soit dans une installation de fabrication de  $H_2SO_4$  par le procédé de contact. On peut encore enrichir ce gaz sulfatant en y injectant du  $H_2SO_4$ .

Lorsqu'on a affaire à un résidu humide et qu'on utilise un gaz contenant du  $SO_3$  comme agent de sulfatation, il est avantageux de sécher le résidu environ 100 et environ 200° C avant de le mettre en contact avec l'agent de sulfatation.

On lixivie avantageusement le résidu sélectivement sulfaté avec de l'eau acidulée à un pH allant de 1 à 5, de préférence de 1 à 2, pour éviter l'hydrolyse des sulfates, et à une température comprise entre la température ambiante et environ 90° C, de préférence à une température allant d'environ 20 à environ 60° C.

Il est particulièrement utile d'effectuer la lixiviation en contre-courant, cette méthode permettant d'obtenir des solutions concentrées de métaux non-ferreux.

Les exemples suivants feront mieux comprendre le procédé de l'invention et ses avantages.

Ces exemples se rapportent au traitement d'un résidu humide riche en goethite prélevé directement du filtre utilisé pour le séparer de la liqueur de lixiviation défermée.

5 Ce résidu humide (42% en poids d'eau) contient à l'état sec, en % en poids: 7,15 Zn; 41,2 Fe; 0,06 In; 0,82 Cu.

#### Exemple 1

On mélange 1 kg de résidu avec 10% en poids de  $H_2SO_4$  36N et on calcine le mélange à 600° C pendant 2 heures.

10 On lixivie le résidu de calcination pendant 2 heures à 60° C dans 5 litres d'eau acidifiée par du  $H_2SO_4$  jusqu'à un pH situé entre 1 et 2.

Composition du résidu de lixiviation, en % en poids: 1 Zn; 60,5 Fe; 0,011 In; 0,09 Cu.

15 Rendements de mise en solution (ou d'extraction), en % :  
90 Zn; 6 Fe; 87,5 In; 93 Cu.

#### Exemple 2

On sèche 0,5 kg de résidu à 120° C et on broie le résidu séché.

20 On place une nacelle contenant 0,1 kg de ce résidu sec dans un four tubulaire, que l'on chauffe à 630° C et à travers lequel on fait passer pendant 1 heure et à un débit de 0,2 Nm<sup>3</sup>/heure, un gaz contenant 7% en volume de  $SO_3$  et provenant d'une installation de fabrication de  $H_2SO_4$  par le procédé de contact.

25 On lixivie le résidu ainsi sulfaté pendant 2 heures à 60° C dans 1 litre d'eau portée par du  $H_2SO_4$  à un pH situé entre 1 et 2.

Composition du résidu de lixiviation, en % en poids :  
1,05 Zn; 58,5 Fe; 0,014 In; 0,1 Cu.

Rendements de mise en solution, en % : 92 Zn; 1,8 Fe;  
94 Cu; 86 In.

5

Exemple 3

On mélange 1 kg de résidu avec 5 % en poids de  $H_2SO_4$   
36N et on calcine le mélange à 600° C pendant 2 heures.

10

On lixivie le résidu ainsi sulfaté à 20° C en contre-cou-  
rant avec 1 litre d'eau portée à pH 1 avec du  $H_2SO_4$ , en utilisant  
3 étapes ayant chacune une durée de 1 heure.

Composition du résidu de lixiviation, en % en poids: 1,5  
Zn; 62 Fe; 0,1 Cu; 0,02 In.

Composition de la solution, en g/l: 95 Zn; 20 Fe; 9 Cu;  
0,5 In; 0,25 Cd.

15

Une telle solution peut être traitée par des techniques  
connues en vue de la récupération de Zn, Cu, In, Cd.

REVENDEICATIONS  
-----

5 1. Procédé de récupération de métaux non-ferreux contenus dans un résidu riche en goethite ( $\text{FeOOH}$ ), obtenu lors du traitement par voie hydrométallurgique de minerais de zinc, caractérisé en ce qu'on traite le résidu par un agent sulfatant entr'environ 500 et environ 750°C en sulfatant ainsi sélectivement les métaux non-ferreux, et on sépare les métaux sulfatés du résidu par lixiviation.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé en ce qu'on effectue la sulfatation entr'environ 550 et environ 650° C.

10 3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on utilise en tant qu'agent sulfatant du  $\text{H}_2\text{SO}_4$  et/ou du  $\text{SO}_3$ .

4. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on effectue la sulfatation à l'aide d'un gaz contenant du  $\text{SO}_3$  et obtenu par décomposition de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ou d'un sulfate.

15 5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'on effectue la sulfatation à l'aide d'un gaz contenant du  $\text{SO}_3$  et obtenu dans une installation de fabrication de  $\text{H}_2\text{SO}_4$  par le procédé de contact.

6. Procédé selon la revendication 5, caractérisé en ce qu'on enrichit le gaz en y injectant du  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

20 7. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on traite un résidu humide.

25 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 3 et selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on mélange le résidu avec du  $\text{H}_2\text{SO}_4$  et on chauffe le mélange ainsi obtenu à une température comprise dans la gamme de températures précitée.

9. Procédé selon l'une quelconque des revendications 1 à 6 et selon la revendication 7, caractérisé en ce qu'on sèche le résidu à une température comprise entre environ 100 et environ 200° C et on traite le résidu ainsi séché par un gaz contenant du SO<sub>3</sub> à une température comprise dans la gamme de températures précitée.

10. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on effectue la lixiviation avec de l'eau acidulée à un pH allant de 1 à 5 et à une température comprise entre la température ambiante et environ 90° C.

11. Procédé selon la revendication 10, caractérisé en ce qu'on maintient le pH à une valeur fixe par addition de H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>.

12. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé en ce qu'on effectue la lixiviation en contre-courant.

Par procuration de :  
Société dite : METALLURGIE  
HOBOKEN-OVERPELT  
Le Mandataire :  
CABINET FLECHNER



7

1

4